

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-226886

(43)Date of publication of application : 25.08.1998

(51)Int.CI.

C23C 16/44  
C23C 16/40  
F15D 1/08

(21)Application number : 09-049677

(71)Applicant : EBARA CORP

(22)Date of filing : 17.02.1997

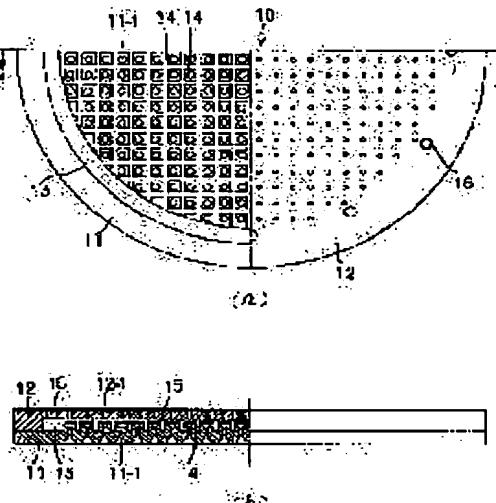
(72)Inventor : HORIE KUNIAKI  
MURAKAMI TAKESHI  
NAKADA TSUTOMU

## (54) GAS INJECTION HEAD

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a gas injection head by which a raw gas and an oxidizing gas are efficiently mixed at appropriate timing.

**SOLUTION:** This gas injection head for uniformly distributing a raw gas and an oxidizing gas through the many holes provided to a flat-plate nozzle main body is used in a thin film vapor growth device. The head has rear-stage nozzle holes 11-1 and front-stage nozzle holes 12-1, an inlet (gap 15) for another gas is furnished between the rear-stage nozzle hole 11-1 and front-stage nozzle hole 12-1, and the gases are mixed in the rear-stage nozzle holes 11-1.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-226886

(43) 公開日 平成10年(1998)8月25日

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>  
C23C 16/44  
16/40  
F15D 1/08

識別記号

F I  
C23C 16/44  
16/40  
F15D 1/08

D  
A

審査請求 未請求 請求項の数 7 FD (全6頁)

(21) 出願番号 特願平9-49677

(22) 出願日 平成9年(1997)2月17日

(71) 出願人 000000239

株式会社荏原製作所  
東京都大田区羽田旭町11番1号

(72) 発明者 堀江 邦明

東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社  
荏原製作所内

(72) 発明者 村上 武司

東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社  
荏原製作所内

(72) 発明者 中田 勉

東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社  
荏原製作所内

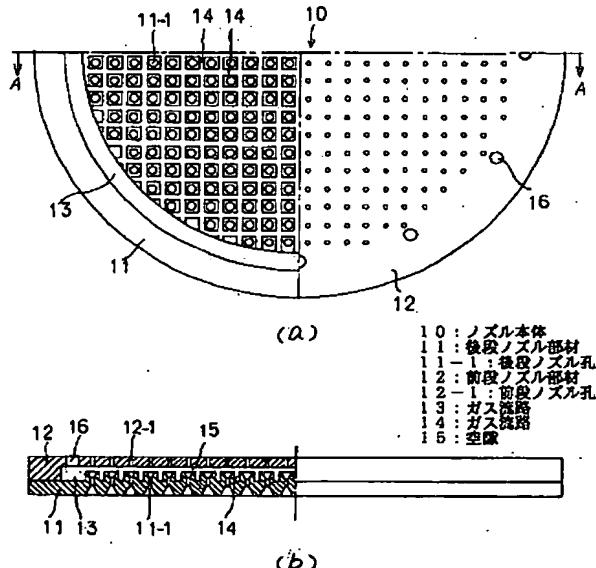
(74) 代理人 弁理士 熊谷 隆 (外1名)

(54) 【発明の名称】ガス噴射ヘッド

(57) 【要約】

【課題】 原料ガスと酸化ガスの混合を好適なタイミングで効率よく行なうことのできるガス噴射ヘッドを提供すること。

【解決手段】 平板状のノズル本体に設けた多数のノズル孔を通して原料ガスと酸化ガスを均一に分配する薄膜気相成長装置に用いるガス噴射ヘッドであって、前記ノズル孔は後段ノズル孔11-1と前段ノズル孔12-1の2段に分かれ該後段ノズル孔11-1と前段ノズル孔12-1の中間位置に別のガスが流入するガス流入部(空隙15から流入)を設け、該後段ノズル孔11-1の部分で混合を行なう。



本発明に係るガス噴射ヘッドに用いるノズル本体の構造

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平板状のノズル本体に設けた多数のノズル孔を通して原料ガスと酸化ガスを均一に分配する薄膜気相成長装置に用いるガス噴射ヘッドであって、

前記酸化ガスと原料ガスの混合を前記ノズル孔部で行なうことを特徴とするガス噴射ヘッド。

【請求項2】 前記ノズル孔は平板状のノズル本体の平面に対して直角に噴射ガス流を形成するノズル孔であって、該ノズル孔は前段ノズル孔と後段ノズル孔の2段に分かれ、該前段ノズル孔と後段ノズル孔の中間位置に別のガスが流入するガス流入部を設けたことを特徴とする請求項1に記載のガス噴射ヘッド。

【請求項3】 前記中間位置のガス流入部は前記後段ノズル孔の外周の少なくとも一部に配置したことを特徴と

$$F_c \leq m_e / [ \{ 2/(k+1) \}^{1/(1-k)} ]$$

但し  $m_e$  : ノズル孔1個当たりの質量流量 ( $k \text{ g/s}$ )

$k$  : 比熱比 (ガスにより一定)

$p_1$  : ノズル孔のガス入口側のガス圧力 ( $\text{Pa}$ )

$v_1$  : ノズル孔のガス入口側のガス比容積 ( $\text{m}^3/\text{kg}$ )

【請求項7】 前記別のガスが酸化ガスであることを特徴とする請求項1乃至6のいずれか1に記載のガス噴射ヘッド。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は薄膜気相成長装置に用いるガス噴射ヘッドに関し、特に原料ガスと酸化ガスの混合が好適なタイミングで行なわれ、且つ均一に分配することができるガス噴射ヘッドに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 薄膜気相成長装置としては成膜室(反応室)内に、ガス噴射ヘッドのノズルから原料ガス及び酸化ガス又は原料ガスと酸化ガスの混合ガスを噴射し、該成膜室に配置した基板上に成膜を行なうものがあるが、この原料ガスと酸化ガスの混合位置(混合タイミング)によって、下記のような問題がある。

【0003】 (1) 原料ガスと酸化ガスの混合が早すぎる場合、例えばガス噴射ヘッドの十分手前(上流側)で混合が行なわれた場合、原料ガスがガス噴射ヘッドの手前で反応し、この反応物質がガス噴射ヘッドの壁面に付着し、パーティクル発生の原因となる。また、混合したガスがガス噴射ヘッドの手前で反応し、噴射された混合ガスの成膜能力が低下する。

【0004】 (2) また、原料ガスと酸化ガスの混合が遅すぎる場合、例えばガス噴射ヘッドの後流側で行なわれた場合、成膜室に配置された基板までの距離が短か過ぎて原料ガスと酸化ガスの混合が未完成のままとなる場合がある。

【0005】 本発明は上述の点に鑑みてなされたもの

する請求項1又は2に記載のガス噴射ヘッド。

【請求項4】 前記後段ノズル孔がディフューザ形状を有していることを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1に記載のガス噴射ヘッド。

【請求項5】 前記中間位置へのガス流入部が前記ノズル本体の外周部かその内側の少なくとも一部に設けたガス流路から分配されたガス流路に連通していることを特徴とする請求項1乃至4のいずれか1に記載のガス噴射ヘッド。

10 【請求項6】 前記前段ノズル孔及び中間位置のガス流入部の各ガス通過最小断面積  $F_c$  ( $\text{m}^2$ ) が次式を満足するように設定し、ガス流にチョーク現象を発生させることを特徴とする請求項1乃至5のいずれか1に記載のガス噴射ヘッド。

$$\{ k/(k+1) \}^{1/2} \{ 2(p_1/v_1) \}^{1/2}$$

で、上記問題点を除去し、原料ガスと酸化ガスの混合を好適なタイミングで行い、且つ混合を効率よく行うことのできるガス噴射ヘッドを提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決するため請求項1に記載の発明は、平板状のノズル本体に設けた多数のノズル孔を通して原料ガスと酸化ガスを均一に分配する薄膜気相成長装置に用いるガス噴射ヘッドであって、酸化ガスと原料ガスの混合をノズル孔部で行なうことを特徴とする。

【0007】 また、請求項2に記載の発明は、請求項1に記載のガス噴射ヘッドにおいて、前記ノズル孔は平板状のノズル本体の平面に対して直角に噴射ガス流を形成するノズル孔であって、該ノズル孔は前段ノズル孔と後段ノズル孔の中間位置に別のガスが流入するガス流入部を設けたことを特徴とする。

30 【0008】 また、請求項3に記載の発明は、請求項1又は2に記載のガス噴射ヘッドにおいて、前記中間位置のガス流入部は後段ノズル孔の外周のすくなくとも一部に配置したことを特徴とする。

【0009】 また、請求項4に記載の発明は、請求項1乃至3のいずれか1に記載のガス噴射ヘッドにおいて、後段ノズル孔がディフューザ形状を有していることを特徴とする。

【0010】 また、請求項5に記載の発明は、請求項1乃至4のいずれか1に記載のガス噴射ヘッドにおいて、前記中間位置のガス流入部がノズル本体の外周部かその内側の少なくとも一部に設けたガス流路から分配されたガス流路に連通していることを特徴とする。

【0011】 また、請求項6に記載の発明は、請求項1乃至5のいずれか1に記載のガス噴射ヘッドにおいて、前段ノズル孔及び中間位置のガス流入部の各ガス通過最

50 小断面積  $F_c$  ( $\text{m}^2$ ) が次式を満足するように設定し、ガ

ス流にチョーク現象を発生させることを特徴とする。

$$F_c \leq m_e / [ \{ 2/(k+1) \}^{1/(k-1)} \cdot \{ k/(k+1) \}^{1/2} \cdot \{ 2(p_1/v_1) \}^{1/2} ]$$

但し  $m_e$  : ノズル孔 1 個当りの質量流量 (kg/s)

$k$  : 比熱比 (ガスにより一定)

$p_1$  : ノズル孔のガス入口側のガス圧力 (Pa)

$v_1$  : ノズル孔のガス入口側のガス比容積 ( $m^3/kg$ )

【0012】また、請求項 7 に記載の発明は、請求項 1 乃至 6 のいずれか 1 に記載のガス噴射ヘッドにおいて、前記別のガスが酸化ガス (例えば  $O_2$ ,  $O_3$ ,  $N_2O$  など) であることを特徴とする。

### 【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面に基づいて説明する。図 1 乃至 図 3 は本発明に係るガス噴射ヘッドの構造を示す図で、図 1 はノズル本体の一部平面図、図 2 はノズル部の拡大図、図 3 はガス噴射ヘッドの一部断面側面図である。

【0014】図 1 (a) はノズル本体の半分を示す平面図で、同図 (b) は A-A 断面矢視図である。図示するように、本ガス噴射ヘッドのノズル本体 10 は、板状の後段ノズル部材 11 と前段ノズル部材 12 からなり、後段ノズル部材 11 には多数の後段ノズル孔 11-1 が設けられて、前段ノズル部材 12 には多数の前段ノズル孔 12-1 が設けられている。

【0015】ノズル本体 10 の外周部で、後段ノズル部材 11 と前段ノズル部材 12 の間にはガス流路 13 が形成されている。また、後段ノズル部材 11 には該ガス流路 13 に連通したガス流路 14 が縦横等間隔で格子状に形成されている。後段ノズル部材 11 のノズル孔 11-1 はガス流路 14 とガス流路 14 に囲まれた突起部の中央部に設けられ、前段ノズル部材 12 の前段ノズル孔 12-1 は後段ノズル孔 11-1 に対応する位置 (真上) に設けられる。

【0016】後段ノズル部材 11 と前段ノズル部材 12 は互いにその外周部で一体に接合されている。また、後段ノズル部材 11 と前段ノズル部材 12 の間には所定寸法の空隙 15 が形成されている。あるいは何箇所かの溝で連通している。また、前段ノズル部材 12 には前記ガス流路 13 に連通するガス供給孔 16 が所定の間隔で設けられている。

【0017】本ガス噴射ヘッドは図 3 に示すように、外筒 21 と内筒 22 からなる二重構造のガス供給ヘッド 20 の下端に前記ノズル本体 10 の前段ノズル部材 12 を接合した構造である。前記ガス流路 13 はガス供給孔 16 を通して外筒 21 と内筒 22 の間の室 23 に連通し、前段ノズル孔 12-1 は直接内筒 22 内の室 24 に開口している。

【0018】上記構造のガス噴射ヘッドにおいて、外筒 21 と内筒 22 の間の室 23 に酸化ガス G1 を供給し、内筒 22 の内側の室 24 に原料ガス G2 を供給すると、

酸化ガス G1 は室 23 からガス供給孔 16 を通って、外周部のガス流路 13 に流れ込み、更に該ガス流路 13 から格子状に配列された多数のガス流路 14 を通って、ノズル本体 10 の中央部へと流れ込む。

【0019】一方、室 24 に供給された原料ガス G2 は前段ノズル部材 12 に設けられた、多数の前段ノズル孔

12-1 を通って後段ノズル部材 11 と前段ノズル部材 12 の間の空隙 15 に流れ込み、ここで、ガス流路 14 を通って空隙 15 に流れ込んだ酸化ガスと一緒に後段ノズル部材 11 の後段ノズル孔 11-1 に流れ込み、ここで両ガスは混合され、後段ノズル孔 11-1 のディフューザ部 11-1a を通って、成膜室 (反応室) (図示せず) に噴射される。

【0020】図 2 は後段ノズル部材 11 の後段ノズル孔 11-1 と前段ノズル部材 12 の前段ノズル孔 12-1 の拡大図である。図示するように、後段ノズル孔 11-1 はその上端が拡張された円錐状の入口部 11-1b となっており、下端も拡張された円錐状のディフューザ部 11-1a となっている。

【0021】上記構造のノズル部において、外筒 21 と内筒 22 の間の室 23 からの酸化ガス G1 は、ガス供給孔 16、ガス流路 13 及びガス流路 14 を通って酸化ガス G1 の流れとなって後段ノズル孔 11-1 の上端入口部 11-1b の外周から流れ込む。即ち、入口部 11-1b の外周上部の空隙 15 は酸化ガスのガス流入部 (中間ガス流入部) を構成する。これと同時に内筒 22 内の室 24 からの原料ガス G2 は前段ノズル孔 12-1 を通って原料ガス G2 の流れとなって後段ノズル孔 11-1 の上端入口部 11-1b に流れ込む。そして両ガスは後段ノズル孔 11-1 を通る間に混合され、円錐状のディフューザ部 11-1a から成膜室 (図示せず) に放出される。

【0022】上記のように酸化ガス G1 は後段ノズル孔 11-1 の上端入口部 11-1b の外周から流れ込むため、原料ガスと効率良く混合される。入口部 11-1b の外周の空隙 15 から流れこむ酸化ガス G1 のガス通過最小断面積 A3 を小さくし酸化ガス G1 の圧力を高めに設定しておけば、原料ガス G2 の酸化ガス G1 の流入側への混入を避けることができる。即ち、図 4 に示すように上記ガス通過最小断面積 A3 は、外周全体からガスを流入させる構造の場合、後段ノズル孔 11-1 の入口部 11-1b の外周長さ ( $2\pi r$ ) ( $r$  は入口部 11-1b の半径) に空隙 15 の寸法 ( $\Delta t$ ) を乗じてもとめられるが ( $A_3 = 2\pi r \times \Delta t$ )、例えば空隙 15 の寸法 ( $\Delta t$ ) を小さくするか或いは入口部 11-1b の外周上部の一部に空隙 15 が開口することでガス通過最小断面積 A3 を後段ノズル孔 11-1 のガス通過最小断面積

A2より十分小さくすることによって酸化ガスg1の圧力を高めに設定しておけば、原料ガスg2の酸化ガスg1の流入側への混入を避けることができる。

【0023】また、原料ガスg2の均一分配のため前段ノズル孔12-1のガス通過最小断面積A1を後段ノズル孔11-1のガス通過最小断面積A2より十分小さくし、更に後段ノズル孔11-1のガス通過最小断面積A2は前段ノズル孔12-1のガス通過最小断面積A1+中間ガス流入部のガス通過最小断面積A3の合算値より十分大きくとれば、酸化ガスg1のノズル本体10の一  
10 次側（室24）への混入は防止できる。即ちA3< A2、A1< A2、A1+A3< A2と設定すればよい。但し、原料ガスg2と酸化ガスg1の混合効率を向上させるためには後段ノズル孔11-1のガス通過最小断面積A2はあまり大きくすべきではないが、やむを得ない場合は後段ノズル孔11-1の長さを長くし、混合効率を上げることができる。

【0024】上記のように、本実施形態例では、室23からの酸化ガスG1はノズル本体10の外周部の複数個のガス供給孔16からガス流路13に流れ込み、格子状に設けられた多数のガス流路14を通って均一に後段ノズル孔11-1の上端入口部11-1bの外周上部の空隙15から後段ノズル孔11-1に流れ込む。ガス流路

$$F_c \leq m_e / \left[ \left\{ 2/(k+1) \right\}^{1/(k-1)} \left\{ k/(k+1) \right\}^{1/2} \left\{ 2(p_1/v_1) \right\}^{1/2} \right] \quad (1)$$

但し、 $F_c$ ：前段ノズル孔12-1のガス通過最小断面積( $m^2$ )

k：比熱比(ガスにより一定)

$p_1$ ：前段ノズル孔12-1のガス入口側のガス圧力  
(p a)

$v_1$ ：前段ノズル孔12-1のガス入口側のガス比容積  
( $m^3/k g$ )

【0028】ここで、構造的ファクターは各ガス通過最  
小面積 $F_c$ ( $m^2$ )であり、断面形状にかかわらず、その  
通過最小断面積 $F_c$ とその一次側圧力 $p_1$ のみにより、構  
造的に各通過断面積1個当たりの質量流量 $m_e$ ( $k g/s$ )

$$k = 1.2 \quad k = 1.3 \quad k = 1.4 \quad k = 1.67 \\ p^*/p_1 \quad 0.5644 \quad 0.5457 \quad 0.5283 \quad 0.4867$$

小孔の出口側のガス圧力 $p_2$ として、ラバル圧力比 $p^*/p_1 = 0.5$ の時、

a)  $p_1 = 2$  (p a)、 $p_2 = 2$  (p a)のとき、ガスの流速は零、

b)  $p_1 = 2$  (p a)、 $p_2 = 1.5$  (p a)のとき、ガスの流速は亜音速、

c)  $p_1 = 2$  (p a)、 $p_2 = 1$  (p a)のとき、ノズルのノド部で $M = 1$ となり、 $p^* = p_1$ 、上記c)の状態から $p_2$ の圧力を下げて下記d)の状態にした場合、即ち、

d)  $p_1 = 2$  (p a)、 $p_2 = 0.5$  (p a)のときノズルのノド部で $M = 1$ 且つノズルがデラバル管のときノズ

14のコンダクタンスは十分大きく、前記中間ガス流入部のコンダクタンスをそれに比べて十分小さくすることにより、酸化ガスはノズル本体10の内面に均一に分配される。

【0025】また、上記構成のガス噴射ヘッドにおいて、後段ノズル部材11の後段ノズル孔11-1のガス通過最小断面積A2、前段ノズル部材12の前段ノズル孔12-1のガス通過最小断面積A1及び中間ガス流入部のガス通過最小断面積A3をガス流にチョーク現象が発生するまで、即ち各々のガス流の流速がM(マッハ)=1以上になるまで小さくすることにより、各前段ノズル孔12-1から原料ガスg2が均一に噴射されると共に、中間流入部から酸化ガスg1が均一に噴射され、更に各後段ノズル孔11-1から混合ガスg3が均一に噴射されることになる。

【0026】上記チョーク現象を図5に示すように、前段ノズル部材12の前段ノズル孔12-1を例に説明すると、前段ノズル孔12-1を通過するガスの流速がM(マッハ)=1以上になるまで、ガス通過最小断面積を小さくすると、この時の通過するガスの質量流量m。  
20 (kg/s)は下式(1)により求められる。

【0027】

$$F_c \leq m_e / \left[ \left\{ 2/(k+1) \right\}^{1/(k-1)} \left\{ k/(k+1) \right\}^{1/2} \left\{ 2(p_1/v_1) \right\}^{1/2} \right] \quad (1)$$

s)は決定される。

【0029】プロセス的にガスの流速がM(マッハ)=1以上であるかどうかは、前段ノズル孔12-1のガス出口側の圧力 $p_2$ に対するガス入口側の圧力 $p_1$ の比で決定され、その圧力比がラバル圧力比 $p^*/p_1$ 以下であれば、 $M \geq 1$ の状態となる。ここで $p^*$ は前段ノズル孔12-1の最小断面積部分の圧力である。該ラバル圧力比 $p^*/p_1$ は比熱比kにより下記のようになる(柘植盛男  
機械熱力学(第7版) 昭和48年3月20日 朝倉書店 P. 166参照)。

【0030】

$$k = 1.2 \quad k = 1.3 \quad k = 1.4 \quad k = 1.67 \\ p^*/p_1 \quad 0.5644 \quad 0.5457 \quad 0.5283 \quad 0.4867$$

ル出口で $M > 1$ となり、 $p^* = 1$  (p a)、 $p_2 = 0.5$  (p a)、上記c)とd)より、 $p_2/p_1 > 0.5$ のときノズルの出口側で $M \geq 1$ が保証されることがわかる。 $M = 1$ のとき( $p^* = p_1$ のとき)が境界条件となり、 $(p_2/p_1) = (p^*/p_1) = 0.5$ となる。即ち、 $p_2 < p^*$ のときノズルの出口側で $M \geq 1$ となる。

【0031】ある前段ノズル孔12-1に上記状態(チョーク状態)を作ることにより、その前段ノズル孔12-1のガス流量は、前段ノズル孔12-1の入口側(一次側)のガス圧力 $p_1$ によってのみ決定されることになる(厳密には圧力 $p_1$ と前段ノズル孔12-1のガス入口側(一次側)のガス比容積 $v_1$ によって決定され

る)。即ち、このチョーク状態にある前段ノズル孔12-1から流出し得ない余分なガス流量は別の未チョーク状態の前段ノズル孔12-1から流出し、その前段ノズル孔12-1もチョーク状態になる。そして全部の前段ノズル孔12-1がチョーク状態になる。

【0032】上記のようなプロセスで全ての前段ノズル孔12-1を通るガス流がチョーク状態となり、一次側のガス圧力 $p_1$ が室24内で概略同じになる様な構造であれば、全部の前段ノズル孔12-1からのガスの質量流量 $m_c$ (kg/s)は全て同一となることが必然的に保証され、均一なガス噴射が可能となる。

【0033】同様なことが中間ガス流入部でも言えるので、ここでもガス流をチョーク状態にすることができる。全てのガス通過部がチョーク状態となっても必要流量に不足した場合は、一次側のガス圧力 $p_1$ を上昇させることにより、質量流量 $m_c$ が増大し、最終的には必要流量が流れることになる。

#### 【0034】

【発明の効果】以上説明したように本願各請求項に記載の発明によれば、下記のような優れた効果が得られる。

(1) 酸化ガスと原料ガスの混合をノズル孔部で行なうので、酸化ガスと原料ガスは好適タイミングで混合されることになり、原料ガスがガス噴射ヘッドの手前で反応し、この反応物質がガス噴射ヘッドの壁面に付着し、パーティクル発生の原因となったり、原料ガスと酸化ガスの混合が未完成のままとなるようなことが無い。

【0035】(2) また、請求項6に記載の発明によれば、前段ノズル孔及び中間位置のガス流入路のガス流にチョーク現象を発生させるので、各前段ノズル孔及び各

中間位置のガス流入路から均一にガスが噴射され、該噴射された各ガスが後段ノズル孔部で効率良く混合され、各後段ノズル孔からこの混合ガスが均一に噴射される。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るガス噴射ヘッドに用いるノズル本体の構造を示す図で、同図(a)は一部平面図、同図(b)はA-A断面矢視図である。

【図2】本発明に係るガス噴射ヘッドのノズル部の拡大図である。

10 【図3】本発明に係るガス噴射ヘッドの一部断面側面図である。

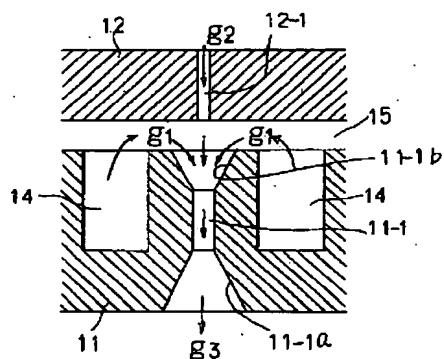
【図4】中間位置のガス流入部のガス通過断面積を説明する図である。

【図5】チョーク現象を説明するための図である。

#### 【符合の説明】

10	ノズル本体
11	後段ノズル部材
11-1	後段ノズル孔
12	前段ノズル部材
20 12-1	前段ノズル孔
13	ガス流路
14	ガス流路
15	空隙
16	ガス供給孔
20	ガス供給ヘッド
21	外筒
22	内筒
23	室
24	室

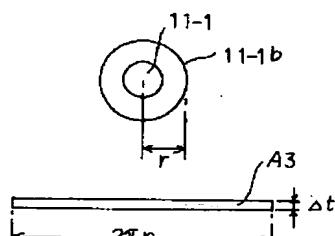
【図2】



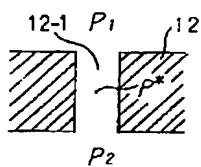
- 11: 後段ノズル部材
- 11-1: 後段ノズル孔
- 12: 前段ノズル部材
- 12-1: 前段ノズル孔
- 13: ガス流路
- 14: ガス流路
- 15: 空隙

本発明に係るガス噴射ヘッドのノズル部の拡大図

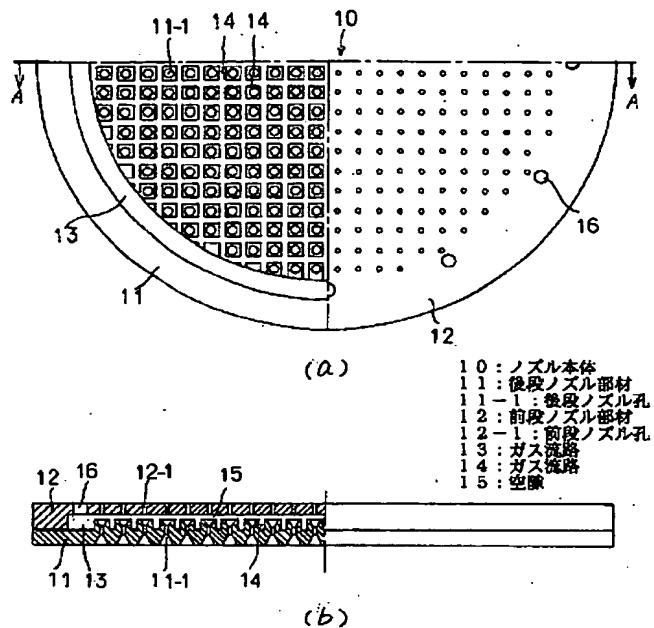
【図4】



【図5】



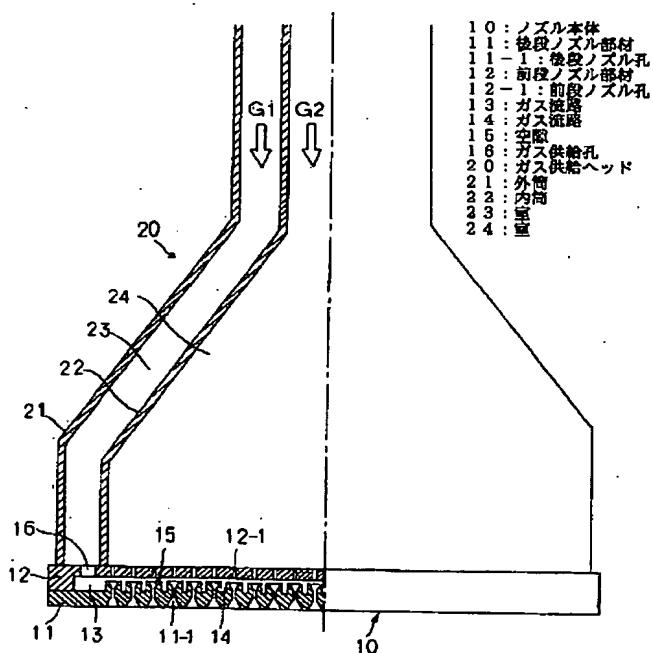
【図 1】



本発明に係るガス噴射ヘッドに用いるノズル本体の構造

BEST AVAILABLE COPY

【図 3】



本発明に係るガス噴射ヘッドの一部断面側面図